



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 290 411 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 07 C 17/38
C 07 C 21/04

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 07 C / 335 907 0

(22) 20. 12. 89

(44) 29. 05. 91

(71) siehe (73)

(72) Hänel, Volker, Dipl.-Chem.; Paris, Gerhard, Dipl.-Chem.; Ziemke, Peter, DE

(73) VEB Funkwerk Köpenick, Wendenschloßstraße 142-174, O - 1170 Berlin, DE

(54) Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen

(55) Verfahren; Reinigung; Perchloräthylen; Thermoplast; Öl; Rohbraunkohle; Schlacke; Wasser; Metallspäne
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Reinigung von öl- und thermoplastverunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das aufzuarbeitende Gemisch mit einer Mischung von Rohbraunkohle und Schlacke intensiv verurteilt und dieses Produkt mit Wasserüberschuß einer Azeotropdestillation unterzogen wird, wobei ein krümlig, körniges Produkt als Rückstand in der Destillationsblase verbleibt, der kleiner 5% organischer Lösungsmittel enthält.

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen, verunreinigt mit Thermoplast, Öl und Metallspänen, gekennzeichnet dadurch, daß das aufzubereitende Gemisch mit einer Mischung von Rohbraunkohle und Schlacke intensiv vermischt und dieses Produkt mit Wasserüberschuß einer Azeotropdestillation unterzogen wird, wobei ein krümelig, körniges Produkt als Stückstand in der Destillationsblase verbleibt, der kleiner 5% organische Lösungsmittel enthält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß es sich vorzugsweise um die organischen Lösungs- und Entfettungsmittel Perchloräthylen oder Trichloräthylen handelt.

organic solvent

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen. Die erfindungsgemäße Lösung kann überall dort angewendet werden, wo verschmutztes Perchloräthylen gereinigt werden soll.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Reinigung von verunreinigtem Perchloräthylen auch aus bisher nicht aufgearbeiteten Rückständen zur Erhöhung der Materialökonomie macht die Anwendung neuer technischer Verfahren notwendig. Bekannte technische Verfahren sind die einfache oder fraktionierte Destillation, die Vakuumdestillation oder Wasserdampfdestillation. Diesen Verfahren haften die Nachteile an, daß insbesondere thermoplastverunreinigtes Perchloräthylen nicht aufgearbeitet werden kann, da durch Verkrustung in der Destillationsblase nur wenig Perchloräthylen zurückgewonnen werden kann und der Reinigungsaufwand zur Beseitigung der Verkrustung mit erheblichem Aufwand verbunden ist.

Weitere technische Lösungen arbeiten mit verschiedenen Zusätzen.

In der DE-OS 3007833 wird ein Verfahren beschrieben, in dem der zu destillierende Rückstand mit feinteiligem wasserunlöslichem Aluminumsilikat versetzt wird. Die DE-OS 2930485 gibt ein Verfahren zur Rückgewinnung chlorierter Kohlenwasserstoffe unter Verwendung von Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid an. Die DE-PS 2833548 beschreibt ein Verfahren zur Wiederaufbereitung von Trichloräthylen mit Wasserdampf unter Verwendung von Magnesiumoxid. Die Rückgewinnung von Halogenkohlenwasserstoffen aus ölhaltigen Halogenkohlenwasserstoffen erfolgt gemäß DE-OS 2248279 mit Wasserdampf in einem komplizierten Verfahren. Allen diesen Verfahren haftet der Nachteil an, daß sie nicht für jedes verunreinigte Perchloräthylen anwendbar sind, da sonst Destillationsrückstände an den Wandungen der Destillationsblase verkrusten und nur mit großem Aufwand entfernt werden können.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Reinigung von verunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln, das die Nachteile der bekannten technischen Verfahren nicht aufweist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Reinigung von öl- und thermoplastverunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die stichfeste Masse aus Perchloräthylen, Thermoplast, Öl und anderen Verunreinigungen mit einem Gemenge aus Rohbraunkohle und Schlacke im Verhältnis 1:1 mit einer Korngröße kleiner 1 mm homogen zu gleichen Teilen von Perchloräthylenrückstand und Gemenge vermischt wird. Dieses Produkt wird mit einer etwa doppelten Menge Wasser versetzt und einer Destillation bei Temperaturen von 85-98°C unterzogen. Es geht in ein Gemisch von Perchloräthylen und Wasser über, das sich nach dem Abkühlen sofort trennt. Als Rückstand bleibt ein schüttfähiges körniges Produkt mit einem Restperchloräthylengehalt von etwa 5%.

Perchloräthylengemische folgender Zusammensetzung können nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gereinigt werden:

Perchloräthylengehalt	60... 70%
Thermoplastverunreinigung	5... 15%
Ölverunreinigung	5... 10%
Metallspäne	1... 5%

Gemenge

Ausführungsbeispiel

Eine stichfeste Masse von 500 g verunreinigtem Perchloräthyl, bestehend aus

Perchloräthyl	78 %
Thermoplast	14 %
Öl	7 %
Metallspäne	1 %

wird mit einem Gemenge von jeweils 200 g gesiebter Rohbraunkohle und Schlacke der Korngröße kleiner 1 mm innig vermischt und in die Destillationsblase eingefüllt. Dazu werden 900 ml Wasser gegeben. Die Destillation wird bei 85...98 °C solange durchgeführt, bis eine Gesamtmenge von 500 ml Kondensat überdestilliert ist. Die Zusammensetzung der einzelnen Fraktionen gibt die Tabelle an.

Tabelle

	Siedetemperatur (°C)	Anteil Per (ml)	Anteil Wasser (Vol.)	Gesamtmenge Per (g)	Ausbeute Per (%)
bis	85	75	25	120	24
	90	145	55	232	46,4
	94	200	80	320	64,0
	96	215	110	344	68,8
	97	225	180	360	72,0
	98	230	270	368	73,6

In der Destillationsblase verbleibt ein feuchtes, schüttfähiges, körniges Produkt mit einem Restperchloräthylgehalt von 4,4%, das sich problemlos aus der Destillationsblase entfernen ließ.